

L1 ANSWER 2 OF 3 WPINDEX COPYRIGHT 2004 THOMSON DERWENT on STN  
AN 1977-77611Y [44] WPINDEX  
TI Purification of crude dibenzylidene sorbitol - by warming with lower  
aliphatic alcohol to dissolve impurities.  
DC A60 E14  
PA (ITOH-N) C ITOH AND CO LTD; (ECCH-N) EC CHEM IND CO LTD  
CYC 7  
PI BE 856249 A 19771017 (197744) \*  
DE 2720437 A 19780105 (197803)  
JP 53005165 A 19780118 (197809) <--  
FR 2356619 A 19780303 (197814)  
GB 1525454 A 19780920 (197838)  
US 4131612 A 19781226 (197902)  
DE 2720437 B 19791108 (197946)  
CH 628044 A 19820215 (198211)  
JP 61014150 B 19860417 (198620)  
PRAI JP 1976-77128 19760701  
IC C07C029-24; C07C033-02; C07D317-18; C07D319-04; C07D407-06; C07D493-04  
AB BE 856249 A UPAB: 19930901  
Crude dibenzylidene sorbitol is purified by warming with lower aliphatic  
alcohols to  $\geq 50$  degrees C but to below their b.pt. to dissolve the  
impurities in the alcohol. 99% pure dibenzylidene sorbitol is obtd. and  
recrystallisation can increase purity to 99.9%.  
By reacting 1 mole. d-sorbitol with 2 mol. benzaldehyde, crude  
dibenzylidene sorbitol is prepd. contg. 7 wt. % monobenzylidene sorbitol  
and tribenzylidene sorbitol as biprods. Pref. alcohols are MeOH, EtOH and  
isoPrOH.  
FS CPI  
FA AB  
MC CPI: E07-A04

⑨日本国特許庁  
公開特許公報

⑩特許出願公開  
昭53—5165

⑪Int. Cl.<sup>2</sup>  
C 07 D 317/18

識別記号

⑫日本分類  
16 E 38

庁内整理番号  
6804—44

⑬公開 昭和53年(1978)1月18日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ジベンジリデンソルビトールの精製方法

枚方市星丘2丁目13番20号

⑯特 願 昭51—77128

⑰出 願 人 イーシー化学工業株式会社

⑱出 願 昭51(1976)7月1日

枚方市南船橋二丁目10番25号

⑲発 明 者 内山宏

⑳代 理 人 弁理士 小田島平吉 外1名

明 細 書

1 【発明の名称】

ジベンジリデンソルビトールの精製方法

2 【特許請求の範囲】

モノベンジリデンソルビトール及び／又はトリベンジリデンソルビトールを不純物として含有する粗製ジベンジリデンソルビトールを、高級脂肪酸アルコールと熱で混合し、該不純物を溶解した溶液と粗製ジベンジリデンソルビトールを分離することを特徴とする粗製ジベンジリデンソルビトールの精製方法。

3 【発明の詳細な説明】

本発明は粗製ジベンジリデンソルビトールの精製方法に関する。

ジベンジリデンソルビトールは有機液体をゲル化させる為のゲル化剤として知られたものであり、通常、1モルの $\alpha$ -ソルビトールに、2モルのベ

ンズアルデヒドを酸触媒の存在下及び加温下に反応させることによつて作られる。この場合、生成ジベンジリデンソルビトールは、副生するモノベンジリデンソルビトール及びトリベンジリデンソルビトールを約5重量%、或いはそれ以上の量で含有する。

最近、ジベンジリデンソルビトールを、硬化剤、或いは、ポリオレフィン樹脂の改質剤として使用する用途が開発されたが、これらの用途に対しては、前記の副生成物の混在が好ましくない結果を与えることがあるので、これらを除去した精製ジベンジリデンソルビトールを使用することが望まれる。

ジベンジリデンソルビトールは、*N*-メチル-2-ピロリドン、又はジメチルホルムアミドに可溶であり、これらの溶媒から再結晶させることにより精製できる。しかしながら、これらの溶媒は

特開昭53-5165(2)

沸点が高いので、乾燥に長時間を要するという問題があり、又、高価である。

従つて本発明の目的は、粗製ジベンジリデンソルビトールから、混在するモノベンジリデンソルビトール及びトリベンジリデンソルビトールを、容易に除去することのできる方法を提供するにある。

上記本発明の目的は、モノベンジリデンソルビトール及び／又はトリベンジリデンソルビトールを不純物として含有する粗製ジベンジリデンソルビトールを、低級脂肪酸アルコールと熱時混合し、該不純物を溶解した溶液と精製ジベンジリデンソルビトールを分離することを特徴とする本発明の精製方法により達成される。

本発明の方法に使用しうる低級脂肪酸アルコールの例は、メチルアルコール、エチルアルコール、イソプロピルアルコール及びそれらの混合物であ

るのがよく、加熱中、内容物を攪拌するのがよい。

上に述べた低級脂肪酸アルコールによる処理により、不純物モノベンジリデンソルビトール及びトリベンジリデンソルビトールは低級脂肪酸アルコール中に溶解し、これに溶解しないジベンジリデンソルビトールから除去される。この場合、ジベンジリデンソルビトールも若干、低級脂肪酸アルコール中に溶解するが、その量は少量である。

又、粗製ジベンジリデンソルビトール中には、前述のモノ-及びトリベンジリデンソルビトールの外に、副反応により生成した着色物質が微量含有されることもあるが、この着色物質も低級脂肪酸アルコール中に溶解し、除去される。

粗製ジベンジリデンソルビトール中に含有される上記各物質の、各種低級脂肪酸アルコールに対する溶解度は、本発明者の測定した所によれば、下記表1の通りである。

る。

本発明の方法は、粗製ジベンジリデンソルビトール1重量部に対し、低級脂肪酸アルコール5～15重量部、好ましくは7～12重量部を容器中で混合し、混合物を50℃以上、好ましくは60℃以上、低級脂肪酸アルコールの沸点以下の温度に加熱し、1分～1時間、好ましくは20～40分間保持し、次いで該温度を保持しながら、精製されたジベンジリデンソルビトールを溶液から分離し、乾燥することによつて好適に行うことができる。

上記の好適方法において、混合物の加熱は、適成冷却装置を備えた容器中で、低級脂肪酸アルコールの沸点付近、即ち、メチルアルコールを使用する場合は60～68℃、エチルアルコールを使用する場合は75～78℃、イソプロピルアルコールを使用する場合は80～88℃の温度に加熱す

表 1

	溶 剤	
	メチルアルコール (68℃)	エチルアルコール (78℃)
ジベンジリデンソルビトール	0.7g	1g
トリベンジリデンソルビトール	1.9g	8g
モノベンジリデンソルビトール	2.0g以上	2.0g以上
副反応による着色物質	完全溶解	完全溶解

注 上表中のグラム数は、各剤100g当りの溶解重量である。

本発明の方法は、粗製ジベンジリデンソルビトールに、加熱した低級脂肪酸アルコールを注いで洗浄する方法によつても、行うことができる。

不純物を溶解した低級脂肪酸アルコールの溶液は、これを冷却して、不純物モノ-及びトリベンジリデンソルビトール並びに、少量のジベンジリデンソルビトールを析出させ、析出物を分別除去することにより、精製を回収し、再使用すること

ができる。

上に例示した本発明の方法によりモノベンジリデンソルビトールを任意の割合でメトリベンジリデンソルビトールを15重量部まで、好ましくは5重量部まで含有してあり、場合により着色副反応生成物を含有するジベンジリデンソルビトールから純度98%以上、好ましくは99%以上の高純度ジベンジリデンソルビトールに精製する事ができる。

得られた高純度ジベンジリデンソルビトールはかさ比重0.12以下融点210±2℃の真珠光沢を有する白色粉末である。得られた精製物を、再度精製することにより更に高純度のもの例えば純度99.9%以上のものとする事もできる。

#### 実施例 1

恒温冷却器をつけた5リットルロービーカーを湯浴中に保持し、この中に、100gの粗製

#### 実施例 2

メチルアルコールの代りに900gの95%エチルアルコールを使用し、80～90℃の間に80分間持続する以外は、実施例1と同様にし、純度99.8%、色85、かさ比重0.088、融点209.8℃の精製ジベンジリデンソルビトール96gを得た。

#### 実施例 3

メチルアルコールの代りに900gのイソプロピルアルコールを使用し、80～90℃の間に40分間持続する以外は実施例1と同様にし、純度99.5%、色86、かさ比重0.095、融点210℃の精製ジベンジリデンソルビトール95gを得た。

特許出願人 イーシー化学工業株式会社

代理人 弁理士 小田島 平吉

同 弁理士 柴坂 久良

#### 特開昭53-5165 (3)

ジベンジリデンソルビトール（新日本理化株式会社製グルオールD）と900gのメチルアルコールを加え、60～70℃の間に加温して微沸させ、40分間持続する。次いでスラリー状の内容物をフィルタープレスで分別し、更に希メタノールで洗い、乾燥する。美しい真珠光沢のある粉末状精製ジベンジリデンソルビトール96gを得た。

使用した粗製ジベンジリデンソルビトールと得られた精製物の純度及び物性を下表2に示す。

表 2				
	純度(%)	色*	かさ比重**	融点(℃)
原 料	95	140	0.280	205
精製物	99.8	85	0.084	210

\* 試料の15%メチルホルムアミド溶液をAPHA法で測定。

\*\* 試験管に試料を、8cmの高さから10回机上に落し、単位体積当りの質点を求める。

#### 手 続 補 正 書

昭和51年11月25日

特許庁長官 片 山 石 郎 殿

#### 1. 事件の表示

特願昭51-77125号

#### 2. 発明の名称

ジベンジリデンソルビトールの精製方法

#### 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 大阪府枚方市南船場二丁目10番25号

名 称 イーシー化学工業株式会社

(氏名)

#### 4. 代理人 千 107

住 所 東京都港区赤坂1丁目9番15号

日本弁理士会 会 員

氏 名 (5078) 弁理士 小 田 島 平 吉

住 所 同 上

氏 名 (7867) 弁理士 柴 坂 久 良

#### 5. 補正命令の日付

昭和 51 年 11 月 25 日 (発出日) 自 発

#### 6. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄

#### 7. 補正の内容



特開昭53-5165(4)

(1) 本説明書第8頁下から第2行(表2の  
註)の、「試験管に試料を」の次に

「 入れ 」

を加入する。

(2) 同第9頁第8行の「80～90℃」を

「 70℃ 」

に訂正する。